

S24, 729

Rec'd PCT/PTO 16 FEB 2005

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
4. März 2004 (04.03.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
WO 2004/018963 A2(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: G01B 7/00

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/009054

(22) Internationales Anmeldedatum:  
14. August 2003 (14.08.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
102 37 627.1 16. August 2002 (16.08.2002) DE(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT  
ZUR FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN  
FORSCHUNG e. V. [DE/DE]; Hansastr. 27c, 80686  
München (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): REINSTÄDTLER,  
Michael [DE/DE]; Am Hammersberg 35, 66280 Sulzbach  
(DE). RABE, Ute [DE/DE]; Parkstr. 10, 66111 Saar-  
brücken (DE). ARNOLD, Walter [DE/DE]; Fliederstr.  
40, 66119 Saarbrücken (DE).(74) Anwalt: RÖSLER, Uwe; Landsberger Str. 480a, 81241  
München (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): JP, US.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): europäisches Patent (AT,  
BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR,  
HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu ver-  
öffentlichen nach Erhalt des Berichts

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR DETERMINING TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF A SAMPLE SURFACE USING A SCANNING  
MICROSCOPE (SEM) AND ASSOCIATED SCANNING MICROSCOPE(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR BESTIMMUNG TRIBOLOGISCHER EIGENSCHAFTEN EINER PROBENOBERFLÄ-  
CHE MITTELS EINES RASTERKRAFTMIKROSKOPS (RKM) SOWIE EIN DIESBEZÜGLICHES RKM

(57) Abstract: The invention concerns a method for examining the surface of samples using a scanning microscope (SEM) comprising a flexible beam with longitudinal extension, whereof the longitudinal measuring tip is arranged precisely relative to a sample surface by means of a fixing device, the spatial position of said measuring tip being sensed by a sensing unit. The microscope is further equipped with at least one ultrasound generator which initiates an oscillation at a give excitation frequency between the sample surface and the flexible beam, whereof the measuring tip is in contact with the sample surface, such that the oscillations imparted to the measuring tip are oriented laterally to the sample surface and perpendicularly to the length of the flexible beam. The torsional oscillations of the flexible beam are sensed and analyzed by means of an evaluation unit. The invention is characterized in that the generation of oscillations is such that the oscillations produced by the measuring tip have a higher harmonic vibration relative to the excitation frequency, the oscillation generation is produced at amplitudes which provoke torsional amplitudes in the flexible beam. Those torsional amplitudes have maximum values which form a substantially constant plateau, even when the torsional amplitudes increase, and, in the range of maximum values, said torsional amplitudes have resonance spectra which develop a dispersion capable of being determined by a plateau width. The method for examining a sample surface consists in using the resonance spectra and, preferably, the plateau value, the plateau width and/or the corresponding resonance spectra increase.

(57) Zusammenfassung: Beschrieben wird ein Verfahren zur Untersuchung einer Probenoberfläche mittels eines Rasterkraftmikroskops (RKM), das einen über eine Längserstreckung verfügenden Federbalken aufweist, längs dessen eine Messspitze angebracht ist, die über Steilmittel relativ zur Probenoberfläche gezielt angeordnet und deren räumliche Lage mit einer Sensoreinheit erfasst wird, sowie wenigstens einen Ultraschallwellengenerator vorsieht, der mit einer vorgebbaren Anregungsfrequenz eine Schwingungsanregung zwischen der Probenoberfläche und dem Federbalken, dessen Messspitze in Kontakt mit der Probenoberfläche gebracht wird, derart initiiert, dass die Messspitze in lateral zur Probenoberfläche und orthogonal zur Längserstreckung des Federbalkens orientierte Oszillationen angeregt wird und dass in dem Federbalken sich ausbildende Torsionsschwingungen erfasst und mittels einer Auswerteeinheit analysiert werden. Die Erfindung zeichnet sich dadurch aus, - dass die Schwingungsanregung derart erfolgt, dass die von der Messspitze ausgeführten Oszillationen höher harmonische Schwingungsanteile zur Anregungsfrequenz aufweisen, - dass die Schwingungsanregung mit Anregungsamplituden durchgeführt wird, die innerhalb des Federbalkens zu Torsionsamplituden führen, deren Torsionsamplitudenmaxima trotz zunehmenden Anregungsamplituden einen weitgehend konstanten Plateauwert annehmen und deren Resonanzspektren im Bereich der Torsionsamplitudenmaxima eine spektrale resonante Verbreiterung erfahren, die durch eine Plateaubreite bestimmbar ist, und - dass zur Untersuchung der Probenoberfläche die Resonanzspektren, vorzugsweise der Plateauwert, die Plateaubreite und/oder die Steigung der jeweiligen Resonanzspektren verwendet werden.

WO 2004/018963 A2

BEST AVAILABLE COPY



---

*Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.*

## Verfahren zur Bestimmung tribologischer Eigenschaften einer Probenoberfläche mittels eines Rasterkraftmikroskops (RKM) sowie ein diesbezügliches RKM

### Technisches Gebiet

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Untersuchung einer Probenoberfläche mittels eines Rasterkraftmikroskops (RKM), das einen über eine Längserstreckung verfügenden Federbalken aufweist, längs dessen eine Messspitze angebracht ist, die über Stellmittel relativ zur Probenoberfläche gezielt angeordnet und deren räumliche Lage mit einer Sensoreinheit erfasst wird, sowie wenigstens einen Ultraschallwellengenerator vorsieht, der mit einer vorgebbaren Anregungsfrequenz eine Schwingungsanregung zwischen der Probenoberfläche und dem Federbalken, dessen Messspitze in Kontakt mit der Probenoberfläche gebracht wird, derart initiiert, dass die Messspitze in lateral zur Probenoberfläche und orthogonal zur Längserstreckung des Federbalkens orientierte Oszillationen angeregt wird und dass in dem Federbalken sich ausbildende Torsionsschwingungen erfasst und mittels einer Auswerteeinheit analysiert werden,

### Stand der Technik

Mit der Entwicklung des Rasterkraftmikroskops (RKM) konnten bereits große Erfolge auf dem Gebiet der Untersuchung der Oberflächenbeschaffenheit, insbesondere bei der Charakterisierung von Oberflächeneigenschaften erzielt werden. Erstmals ist es möglich, Informationen über Oberflächen und oberflächennahe Bereiche verschiedenster Proben mit einer Auflösung von Nanometern, ja sogar bis zur Größenordnung von Einzelatomen zu erhalten. Eines der ältesten Probleme der Wissenschaft, die Untersuchung der Reibung, konnte mit Hilfe der aus der RKM

weiterentwickelten Reibungsmikroskopie erstmals auf dieser Skala fortgeführt werden.

Aus der DE 43 24 983 C2 geht hierzu ein akustisches Mikroskop hervor, das auf der Technologiebasis eines Rasterkraftmikroskopes arbeitet und sowohl die Topographie als auch die Elastizitätseigenschaften einer Probenoberfläche zu vermessen vermag. Das Kraftmikroskop weist einen als Blattfeder ausgebildeten Federbalken, typischerweise mit einer Länge zwischen  $100\text{ }\mu\text{m}$  und  $500\text{ }\mu\text{m}$  auf, an dessen einem Ende eine pyramidenartig geformte Messspitze mit einem Spitzenkrümmungsradius von etwa 50 Nanometer angebracht ist.

Um die Probenoberfläche möglichst ganzheitlich zu vermessen und zu erfassen wird mit Hilfe einer geeigneten Bewegungsvorrichtung der Federbalken und die damit verbundene Messspitze über die Probenoberfläche derart gerastert, dass die Messspitze mit einer vorgebbaren Auflagekraft mit der Probenoberfläche an jedem einzelnen Rasterpunkt mit der Probenoberfläche in Kontakt tritt. Mit Hilfe einer optischen Sensoreinheit ist es möglich, den Grad der Durchbiegung des Federbalkens und damit die Topographi-bedingte Auslenkung der Messspitze zu erfassen. Die optische Sensoreinheit sieht üblicherweise eine Laserdiode vor, aus der ein Laserstrahl auf den Federbalken gerichtet austritt, an dem Federbalken reflektiert wird und von einer positionsempfindlichen Fotodiode detektiert wird. Über eine Regelschleife wird der Federbalken inklusive Messspitze während des Abrasterns senkrecht zur Probenoberfläche derart aktiv nachgeführt, so dass die Auslenkung des Federbalkens bzw. die Auflagekraft mit der der Federbalken über die Messspitze auf der Probenoberfläche aufliegt, konstant bleibt. Die zur Auslenkung erforderliche Regelspannung wird typischerweise in einen Distanzwert umgerechnet und als Farbwert kodiert entsprechend in eine Darstellung gebracht, aus der die Oberflächentopographie letztlich entnehmbar ist.

Um zusätzlich die elastischen Eigenschaften der Probenoberfläche ermitteln zu können, ist ein Ultraschallwellengenerator vorgesehen, der die Probenoberfläche in Oszillationen versetzt, während die Messspitze an einem Rasterpunkt auf der

Probenoberfläche aufliegt. Die Schwingungsanregung durch die Ultraschallwelleneinkopplung führt zu Normalschwingungen der Probenoberfläche, durch die der Federbalken in hochfrequente oszillierende Biegeschwingungen längs seiner Erstreckung versetzt wird.

Durch Detektion des Ultraschall-induzierten, hochfrequenten Schwingungsverhaltens des Federbalkens können Rückschlüsse auf die Elastizitätseigenschaften der Probenoberfläche gewonnen werden. Die Schwierigkeit, die es jedoch bei dieser Messsituation zu bewältigen gibt, liegt in der messtechnischen Entkopplung der überlagerten Auslenkungen des Federbalkens, die einerseits von der Topographiemessung herrühren, durch die die Auflagekraft, mit der die Messspitze auf der Probenoberfläche aufliegt, möglichst konstant gehalten wird, und andererseits durch die Ultraschall-induzierten Normalschwingungen der Probenoberfläche verursacht sind, die sich über die Messspitze auf den Federbalken übertragen.

Um ein für die Elastizitätsmessung zuverlässiges Messsignal mit einem möglichst hohen Signal/Rausch-Verhältnis zu erhalten, erfolgt die Ultraschall-induzierte Schwingungsanregung der Probenoberfläche mit Frequenzen, die wenigstens eine Größenordnung höher als die Resonanzfrequenz des Federbalkens mit der daran angebrachten Messspitze ist. Unter Verwendung zweier im Zeitverhalten unterschiedlich ansprechbarer Fotodioden, auf die der an dem Federbalken reflektierte Lichtstrahl auftrifft kann das Schwingungsverhalten des Federbalkens selektiert detektiert und ausgewertet werden. So vermag jene Fotodiode, die über ein langsames Ansprechverhalten verfügt, ausschließlich jene Auslenkungen zu detektieren, die von der konturbedingten Nachregelung des Federbalkens zur Topographieerfassung herrühren. Andererseits ist eine zweite Fotodiode zur Erfassung der hochfrequenten Schwingungsanteile des Federbalkens vorgesehen, die ein Bandbreite-Fenster im MHz-Bereich aufweist. Besonders geeignet hierzu sind beispielsweise einzellige lichtempfindliche Detektoren mit einer glattkantigen Abschattungsvorrichtung, beispielsweise in Form einer Rasierklinge, oder aber sogenannte Heterodyne Laufzeit-Interferometer, in denen einen Interferometerarm

eine Frequenzverschiebungsvorrichtung vorgesehen ist. Auch ist es möglich, eine derartige schnell ansprechende Detektionseinheit auf der Basis einer kapazitiven Messung auszubilden, bei der die Messkapazität aus dem Federbalken und einer gegenüberliegend angeordneten nadelförmigen Gegenelektrode gebildet ist. Weitere Einzelheiten hierzu sind aus der vorstehend genannten Druckschrift, der DE 43 24 983 C2 zu entnehmen.

Im Unterschied zu der vorstehend beschriebenen Resonanzmessung mit vertikaler Modulation, d.h. die zu untersuchende Probenoberfläche wird zu Normalschwingungen angeregt, geht aus der US 5,804,708 ein Kraftmikroskop zwar mit ähnlichen Aufbau hervor, jedoch erfolgt die Schwingungsanregung der zu untersuchenden Probe mit Hilfe eines Signalgenerators derart, dass die Probenoberfläche lateral zur Probenoberfläche orientierte Oszillationen ausführt, die insbesondere transversal in Bezug zur Längserstreckung des Federbalkens gerichtet sind.

Durch die transversal zur Längserstreckung des Federbalkens gerichtete Schwingungsanregung, gerät der Federbalken über die mit der Probenoberfläche in Kontakt befindlichen Messspitze in Torsionsschwingungen, wobei die zumindest zeitweise mit der Probenoberfläche in Kontakt befindliche Messspitze längs zur Probenoberfläche gerichtete Oszillationen ausführt, die quer zur Federbalkenlängserstreckung gerichtet bzw. polarisiert sind. Jeweils an den Bewegungsumkehrpunkten der Oszillationen gerät die Messspitze kurzzeitig in Haftung mit der Probenoberfläche, die durch lateral zur Probenoberfläche wirkende Scherkräfte deformiert wird, bis die Messspitze aus dieser durch Reibung zu beschreibenden Situation wieder über die Probenoberfläche zurückgleitet.

Die sich in Abhängigkeit der Auflagekraft, mit der die Messspitze auf der Probenoberfläche aufliegt, an den Bewegungsumkehrpunkten ausbildenden Scherdeformationen beeinflussen das Schwingungsverhalten der Messspitze und damit verbunden des Federbalkens in einer die Elastizitätseigenschaften der Probenoberfläche charakterisierenden Weise. Somit ist es möglich, aus dem Schwingungsverhalten, bspw. aus der Schwingungsamplitude und/oder der Phase

der sich in Form von Torsionsschwingungen längs des Federbalkens ausbildenden Oszillationen Aussagen über die Elastizitätseigenschaften der Probenoberfläche zu treffen.

Die durch den Signalgenerator initiierten Oszillationen innerhalb der Probe weisen Frequenzen von etwa 1 kHz auf. Es zeigt sich jedoch, dass das örtliche Auflösungsvermögen mit dieser Messmethode unbefriedigend ist. So lassen sich lediglich Messungen mit einer Ortsauflösung von etwa 100 nm erzielen. Darüber hinaus gestattet die mit diesem Verfahren erzielbare Messqualität nur qualitative Aussagen über die Reibeigenschaften der Probenoberfläche.

### **Darstellung der Erfindung**

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Untersuchung einer Probenoberfläche mittels eines Rasterkraftmikroskops nach der zuvor beschriebenen Art, bei der die Probenoberfläche in Schwingungen versetzt wird, bei der die Schwingungen lateral zur Probenoberfläche gerichtet und darüber hinaus orthogonal zur Längserstreckung des Federbalkens orientiert sind, derart weiterzubilden, dass qualitative sowie auch quantitative Aussagen über die Reibungseigenschaften der Probenoberfläche möglich werden. Insbesondere gilt es in Überlagerung mit einer Topographiemessung eine hochortsaufgelöste Bestimmung der tribologischen, d.h. Reibungseigenschaften der Probenoberfläche zu ermöglichen. Auf diese Weise soll eine feinstauflösbare Probenoberflächenkartierung mit einer Ortsauflösung von unter 100 nm, vorzugsweise unter 10 nm möglich werden.

Die Lösung der der Erfindung zugrundeliegenden Aufgabe ist im Anspruch 1 angegeben. Vorteilhafte Merkmale, die das erfindungsgemäße Verfahren weiterbilden, sind Gegenstand der Unteransprüche sowie der Beschreibung unter Bezugnahme auf die Ausführungsbeispiele zu entnehmen.

Erfindungsgemäß zeichnet sich ein Verfahren zur Untersuchung einer Probenoberfläche mittels eines Rasterkraftmikroskopes (RKM), das einen über eine Längserstreckung verfügenden Federbalken aufweist, längs dessen eine Messspitze angebracht ist, die über Stellmittel relativ zur Probenoberfläche gezielt angeordnet und deren räumliche Lage mit einer Sensoreinheit erfasst wird, sowie wenigstens einen Ultraschallwellengenerator vorsieht, der mit einer vorgebbaren Anregungsfrequenz eine Schwingungsanregung zwischen der Probenoberfläche und dem Federbalken, dessen Messspitze in Kontakt mit der Probenoberfläche gebracht wird, derart initiiert, dass die Messspitze in lateral zur Probenoberfläche und orthogonal zur Längserstreckung des Federbalkens orientierte Oszillationen angeregt wird und dass in dem Federbalken sich ausbildende Torsionsschwingungen erfasst und mittels einer Auswerteeinheit analysiert werden, dadurch aus, dass die Schwingungsanregung derart erfolgt, dass die von der Messspitze ausgeführten Oszillationen höher harmonische Schwingungsanteile zur Anregungsfrequenz aufweisen. Hierbei erfolgt die Schwingungsanregung vorzugsweise jeweils mit einem Dauerstrichsignal, das innerhalb eines vorgebbaren Anregungsfrequenzbereiches gewobbelt, d.h. durchgestimmt wird. Der Anregungsfrequenzbereich ist dabei derart zu wählen, dass die resonante Grundschiwingung des mit der Messspitze auf der Probenoberfläche in Kontakt befindlichen Frequenzbalkens innerhalb des Anregungsfrequenzbereiches liegt.

Neben der geeigneten Frequenzwahl erfolgt die Schwingungsanregung des mit der Probenoberfläche aufliegenden Federbalkens mit Anregungsamplituden, die im Federbalken zu Torsionsschwingungen mit Torsionsamplituden führen, deren Torsionsamplitudenmaxima trotz zunehmenden Anregungsamplituden einen weitgehend konstanten Plateauwert annehmen und deren Resonanzspektren im Bereich der Torsionsamplitudenmaxima eine spektrale resonante Verbreiterung erfahren, die durch eine Plateaubreite bestimmbar ist. Schließlich ist erkannt worden, dass zur Untersuchung der Probenoberfläche die Resonanzspektren, vorzugsweise der Plateauwert, die Plateaubreite, die Steigung der jeweiligen Resonanzspektren an den Seitenflanken der Resonanzkurve und/oder die Steigung des Plateaus verwendet werden können.



Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens können tribologische Eigenschaften, so beispielsweise die zwischen der Messspitze und der Probenoberfläche wirkende Reibungskraft oder Reibungskoeffizienten an der Probenoberfläche mit einem örtlichen Auflösungsvermögen von bis zu 1 nm erfasst werden. Verglichen mit bekannten Verfahren, die bestenfalls örtliche Auflösungsvermögen von etwa 100 nm gestatten, stellt das erfindungsgemäße Verfahren ein höchst sensibles und feinst auflösendes tribologisches Analyseverfahren dar. Neben der Erfassung tribologischer Eigenschaften an einer Probenoberfläche erlaubt das erfindungsgemäße Verfahren selbstverständlich auch die Topographieerfassung durch Einstellen einer konstanten Auflagekraft, mit der die Messspitze des Federbalkens auf die zu untersuchende Probenoberfläche aufliegt. Hierbei werden mit Hilfe einer geeigneten Detektionsvorrichtung topographiebedingte, niederfrequente Auslenkungen der Messspitze über Lichtreflexion am Federbalken erfasst und entsprechend ausgewertet. Das mit Hilfe der Detektionsvorrichtung erhaltene, die niederfrequente topographiebedingte Auslenkung repräsentierende Detektionssignal dient zum einen der Topographiebestimmung und zum anderen als Regelgröße, mit der der Abstand zwischen der Messspitze und der Probenoberfläche bzw. die Auflagekraft, mit der die Messspitze auf der Probenoberfläche aufliegt, zeitlich gemittelt konstant gehalten wird. Auf diese Weise ermöglicht das erfindungsgemäße Verfahren bei sukzessiver Oberflächenraasterung, mit Rastermaßen von bis zu 1 nm ein höchst exaktes mikroskopisches topographisches Abbild der Probenoberfläche zu erstellen, das zugleich mit tribologischen Probenoberflächeninformationen unterlegbar ist.

Die Messung tribologischer Oberflächeneigenschaften an einer Stelle der Probenoberfläche erfolgt vorzugsweise in mehreren Schritten. Zunächst erzeugt der Ultraschallwellengenerator zur Bestimmung der resonanten Grundfrequenz des über die Messspitze mit der Probenoberfläche in Kontakt befindlichen Federbalkens Schwingungen in Form von Dauerstrichsignalen, deren Frequenzen in einem vorgebbaren Frequenzbereich gewobbelt, d.h. durchgestimmt werden. Der vorgebbare Frequenzbereich umfasst dabei vorzugsweise Frequenzen unterhalb der resonanten Grundfrequenz des über die Messspitzen mit der Probenoberfläche in

Kontakt befindlichen Federbalkens bis hin zum 30-fachen dieser Kontaktresonanzfrequenz. Typischerweise erfolgt das Frequenzwobbeln der Anregungsfrequenz in 1 kHz Frequenzschritten innerhalb eines Frequenzbereiches zwischen 50 kHz und 10 MHz. Beispielsweise zeigten sich bei einem typischen Federbalken von einer Länge von 450  $\mu\text{m}$  im Frequenzbereich zwischen 50 kHz und 3 MHz vier Torsionsresonanzen.

Zur Bestimmung der Probenoberflächeneigenschaften, insbesondere in Bezug auf tribologischer Eigenschaften wie Reibungskoeffizienten etc., wird die Probe über den Ultraschallwellengenerator mit Anregungsfrequenzen beaufschlagt, die um die Kontaktresonanzfrequenz  $f_r$  liegen. Vorzugsweise umfasst der Anregungsfrequenzbereich  $\Delta f_a$  Frequenzen von  $f_r - \frac{1}{2} f_r$  bis  $f_r + \frac{1}{2} f_r$ . In besonders vorteilhafter Weise umfasst der Anregungsfrequenzbereich  $\Delta f_a$  Frequenzen zwischen  $f_r - \frac{1}{2} \Delta f_r$  bis  $f_r + \frac{1}{2} \Delta f_r$ , wobei  $\Delta f_r$  der Halbwertsbreite der bei der Messung erfassten Resonanzkurve bei  $f_r$  entspricht.

Die Schwingungsanregung erfolgt wiederum im Rahmen eines Frequenzsweeps, d.h. die Anregungsfrequenz wird innerhalb des vorgegebenen Anregungsfrequenzbereiches  $\Delta f_a$  in Form von einzelnen Dauerstrichsignalen gewobbelt bzw. durchgestimmt.

Neben der Auswahl des Anregungsfrequenzbereiches im Bereich der Kontaktresonanzfrequenz ist gleichsam die exakte Einstellung der Schwingungsrichtung bzw. -polarisation der lateral in die Probenoberfläche induzierten Transversalschwingungen relativ zur Längserstreckung des Federbalkens von höchster Relevanz. Hierbei gerät die auf der Probenoberfläche mit einer definierten Auflagekraft aufliegende Messspitze in hochfrequent oszillierende Transversalschwingungen quer zur Längserstreckung des Federbalkens, die aufgrund der resonanten Schwingungsüberhöhung ständig zwischen folgenden drei Zuständen "hin und herspringt": 1. Die Messspitze reibt über die Probenoberfläche. 2. Die Oszillationsbewegung kommt zum Stillstand. 3. Die Messspitze bewegt sich im elastischen Potential, d.h. die Messspitze geht mit der Probenoberfläche eine

kurzzeitige Reibschlussverbindung ein, wodurch die Probenoberfläche aufgrund der lateral zur Probenoberfläche gerichteten Scherkräfte lokal deformiert wird.

Im Gegensatz zum nicht resonanten Fall, wie er in der US 5,804,708 beschrieben ist, bei dem die Messspitze strenge zyklische Oszillationen ausführt, beginnt die Messspitze im resonanten Schwingungsfall zumindest Abschnittsweise regelrecht über die Probenoberfläche chaotisch zu tanzen und nimmt die vorstehenden Zustände stochastisch verteilt ein. Man spricht hier von einer "stick-slip"-Bewegung. Dieser Bewegungsvorgang stellt ein hoch dynamisches Bewegungsverhalten dar.

Aufgrund der vorstehend beschriebenen Messsituation kann unschwer nachvollzogen werden, dass das sich innerhalb des Federbalkens ausbildende Schwingungsverhalten durch die tribologischen Kontakteigenschaften zwischen der Messspitze und der Probenoberfläche bestimmt wird. Wird die Probenoberfläche, wie vorstehend erwähnt, mit einer Kontaktresonanzfrequenz, vorzugsweise die Grundresonanzfrequenz des mit der Probenoberfläche über die Messspitze in Kontakt befindlichen Federbalkens, durch den Ultraschallwellengenerator zu Schwingungen angeregt, so stellt sich bei geringen Anregungsamplituden ein resonantes Schwingungsverhalten des Federbalkens ein, dessen Resonanzkurve weitgehend symmetrisch ausgebildet ist. Das resonante Schwingungsverhalten des Federbalkens wird in an sich bekannter Weise mit einer optischen Sensoreinheit erfasst und in Form einer Resonanzkurve zur Darstellung gebracht. Wird die Anregungsamplitude durch sukzessives Steigern der Anregungsspannung, mit der der Ultraschallwellengenerator betreibbar ist, erhöht, so zeigen sich im aufgenommenen Resonanzspektrum Abweichungen von der ursprünglichen symmetrisch ausgebildeten Resonanzkurve dergestalt, dass trotz zunehmender Anregungsamplitude die Amplitude des Resonanzspektrums eine Art Sättigungswert annimmt und nahezu konstant bleibt. Ebenso verändert sich die Form der Resonanzkurve dergestalt, dass sich eine resonante Verbreiterung im oberen Amplitudenbereich der Resonanzkurve ausbildet. Einhergehend mit der spektralen resonanten Verbreiterung der Resonanzkurve bildet sich eine Art Plateau aus, dessen Lage trotz zunehmender Anregungsamplituden weitgehend konstant bleibt,

jedoch dessen Breite sich bei mit zunehmenden Anregungsamplituden ebenso vergrößert. Erfindungsgemäß werden eben diese charakteristischen Abweichungen von der symmetrischen Ausbildung der Resonanzkurve, die sich durch Erhöhen der Anregungsamplitude ausbilden, gezielt zur Gewinnung tribologischer Informationen verwendet werden, dies betrifft insbesondere die sich durch die spektrale resonante Verbreiterung ergebenden Plateauwerte, die Plateaubreite, die Steigung der jeweiligen Resonanzspektren an den Seitenflanken der Resonanzkurve und/oder die Steigung des Plateaus.

Selbstverständlich ist es möglich, die vorstehend beschriebene resonante Anregung auch bei Kontaktresonanzfrequenzen höherer Ordnung durchzuführen. So können die vorstehenden Abweichungen von der symmetrischen Ausbildung der Resonanzkurve nicht nur bei der resonanten Grundfrequenz beobachtet werden, also beim Auftreten der ersten Torsionsmode, sondern auch bei höheren Moden. Auch die bei höheren Moden auftretenden Verbreiterungen in der Resonanzkurve, wie die Plateaubreite, können zur Bestimmung der Reibkraft herangezogen werden.

Zudem lassen sich auch „Obertöne“ zur Anregungsfrequenz im resonanten Verhalten des Federbalkens detektieren, sobald sich die beschriebenen Abflachungen am Resonanzmaximum einstellen. Derartige Obertöne lassen sich auch bei höheren Schwingungsmoden erkennen, die ebenso zur Bestimmung der Reibkraft herangezogen werden können. Weist bspw. ein mit der Probenoberfläche in Kontakt befindlicher Federbalken den ersten Torsionsmode bei einer Anregungsfrequenz von 100 kHz auf, so liegen die höheren Torsionsmoden bei 300kHz, 500 kHz, 700 kHz usw.. Der n-te Torsionsmode liegt demzufolge bei  $(2n-1) \times 100$  kHz. Wird der erste Torsionsmode mit einer genügend hohen Anregungsamplitude angeregt, so dass bspw. im Anregungsfrequenzspektrum zwischen 80 kHz und 120 kHz ein abgeplatteter Torsionspeak zu sehen ist, so treten zusätzlich auch Peaks bei 200 kHz, 300 kHz, 400 kHz ect. auf, also bei Frequenzen  $k \times 100$  kHz, die einzeln detektierbar sind. Selbstverständlich bilden sich jene Obertöne der Anregungsfrequenz, die mit höheren Torsionsmoden zusammenfallen (300 kHz, 500 kHz, 700 kHz, ...) stärker aus, als die anderen (200 kHz, 400 kHz, 600 kHz, ...).

Zur Detektion der sich innerhalb des Federbalkens ausbildenden resonanten Torsionsschwingungen wird vorzugsweise wenigstens eine zeitlich hoch auflösende Fotodiode eingesetzt, deren zeitliches Auflösungsvermögen die Detektion von Schwingungsereignissen mit Frequenzen ermöglicht, die vorzugsweise dem bis zu 25-fachen, vorzugsweise dem doppelten bis zehnfachen der Anregungsfrequenzen entspricht.

Durch die sequentielle Rasterung in der Messspitze längs zur Probenoberfläche werden nacheinander an eng zueinander benachbarten Kontaktstellen, deren lateraler Abstand wenigstens etwa 1 nm beträgt, Messungen unter den vorstehend beschriebenen Resonanzbedingungen durchgeführt, die zum einen Informationen über die Oberflächentopographie und zum anderen über die an der Kontaktstelle vorhandenen tribologischen Eigenschaften liefern. Neben der topographisch erfassten Oberflächenkontur lassen sich die im vorherigen genannten Eigenschaften der Resonanzkurve des Federbalkens an jedem Punkt der zu vermessenden Probenoberfläche aufzeichnen und als Farbwert kodiert zur Darstellung bringen. So wirken sich beispielsweise ändernde Reibungseigenschaften an der Probenoberfläche auf das resonante Schwingungsverhalten des Federbalkens und somit der Schwingungsamplitude bei konstanter Anregungsfrequenz aus, wodurch bereits kleinste Änderungen in der Reibung erfassbar sind, zumal eben jene kleinste Änderungen in der Reibung sehr sensitive Auswirkungen auf das Amplitudenverhalten haben, das sich aus den aufgenommenen Resonanzkurven deutlich abzeichnet.

Bspw. rufen kleinste Verschiebungen der Flanken der Resonanzkurve in Bezug auf die Frequenzachse (x-Achse) große Änderungen in der Resonanzamplitude (y-Achse) hervor. Wie bereits erwähnt, können auch neben der Detektion des resonanten Verhaltens der Grundschiwingung des Federbalkens auch höher harmonische Resonanzen detektiert und untersucht werden und entsprechend als Farbwert kodiert zur Darstellung gebracht werden.

### **Kurze Beschreibung der Erfindung**

Die Erfindung wird nachstehend ohne Beschränkung des allgemeinen Erfindungsgedankens anhand von Ausführungsbeispielen unter Bezugnahme auf die Zeichnungen exemplarisch beschrieben. Es zeigen:

Fig. 1 schematisierte Komponentendarstellung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens, sowie

Fig. 2 Diagrammdarstellung mit Resonanzkurven bei unterschiedlichen Anregungsamplituden.

### **Wege zur Ausführung der Erfindung, gewerbliche Verwendbarkeit**

In Fig. 1 ist ein Rasterkraftmikroskop zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Untersuchung einer Probenoberfläche, insbesondere zur Erfassung tribologischer Eigenschaften an der Probenoberfläche dargestellt. Hierbei sieht das in Fig. 1 dargestellte Mikroskop einen Federbalken 1 vor, dessen Messspitze 2 auf der Probenoberfläche 3 einer Probe P aufliegt. Die Probe P befindet sich über eine Vorlaufstrecke bzw. Vorlaufschicht 4 in Kontakt mit einem Ultraschallwandler 5, der über einen entsprechenden Signalgenerator 6 in Oszillationen versetzt wird. Die Vorlaufschicht 4 ist beispielsweise jeweils über eine Honigschicht als akustische Koppelschicht mit der Probe P und dem Ultraschallwandler 5 verbunden.

Zur messtechnischen Erfassung der sich über die Messspitze 2 in den Federbalken 1 übertragenden Schwingungen ist eine optische Sensoreinheit vorgesehen, bestehend aus einer Laserdiode 7, einem Umlenkspiegel 8 sowie einer Fotodiodeneinheit 9. Die Fotodiodeneinheit 9 dient einerseits der Detektion der topographiebedingten, niederfrequenten Auslenkungen der Messspitze 2 und damit verbunden des Federbalkens 1 und ist aus diesem Grunde mit einer AFM-Rückkoppelschleife 10 verbunden, die für eine Konstantregelung der Auflagekraft dient, mit der die Messspitze 2 auf der Probenoberfläche 3 aufliegt. Einzelheiten zu

einem derartigen Regelkreis können der eingangs erwähnten Druckschrift, der DE 43 24 983 C2 entnommen werden.

Ebenso vermag die Fotodiodeneinheit 9 hochfrequente Schwingungsanteile zu detektieren, die als Torsionssignal T über eine schnelle Signalverarbeitungseinheit 11 an eine Rechneinheit 12 weitergegeben, abgespeichert, ausgewertet und letztlich grafisch als Reibungseigenschaften zur Darstellung gebracht werden.

Der in Fig. 1 stark schematisiert dargestellten Reibmikroskopanordnung sind aus Gründen der Übersichtlichkeit die für die räumliche Anordnung des Federbalkens relativ zur Probenoberfläche erforderlichen Stellmittel, die typischerweise als Piezostellmittel ausgebildet sind, nicht zu entnehmen. Da es sich hierbei um an sich bekannte Stellmittel handelt, wird in diesem Zusammenhang ebenso auf die DE 43 24 983 C2 verwiesen.

Zur Durchführung der erfindungsgemäßen Untersuchung an der Probe P, deren Ziel die Vermessung tribologischer Eigenschaften an der Probenoberfläche 3 zum Gegenstand hat, ist der Ultraschallwandler 5 derart ausgebildet und wird derart betrieben, so dass die Probe P ausschließlich lateral zur Probenoberfläche 3 in Oszillationen versetzt wird, die zudem senkrecht zur Längserstreckung des Federbalkens 1 orientiert bzw. polarisiert sind (siehe hierzu Pfeildarstellung in Fig. 1). Der über die Messspitze 2 mit der Probenoberfläche 3 in Kontakt befindliche Federbalken 1 gerät durch die mechanische Kopplung in Torsionsschwingungen, die bei Erreichen einer resonanten Grundfrequenz zu einer resonanten torsionalen Schwingungsüberhöhung führen. Zur selektiven Bestimmung der resonanten Grundfrequenz  $f_r$  des über die Messspitze 2 mit der Probenoberfläche 3 in Kontakt befindlichen Federbalkens 1 erzeugt der Ultraschallwellengenerator, der sich aus dem Schwingungsgenerator 6 und dem Ultraschallwandler 5 zusammensetzt, eine Vielzahl in zeitlicher Abfolge voneinander getrennte Dauerstrichsignale, deren Anregungsfrequenzen in einem vorgebbaren Frequenzbereich durchgestimmt werden, der Frequenzen umfasst unterhalb der resonanten Grundfrequenz des Federbalkens bis hin zum 30-fachen dieser Frequenz. Damit ist gewährleistet, dass

der Federbalken 1 nicht nur mit seiner resonanten Grundschiwingung zu Torsionsschwingungen angeregt wird, sondern auch bei höhermodigen Torsionsresonanzen anschwingt. Bei Erreichen einer Kontaktresonanzfrequenz, entweder der Grundresonanzfrequenz oder einer höher harmonischen Resonanzfrequenzen wird die Anregungsamplitude, mit der der Ultraschallwandler 5 schwingt, derart eingestellt, dass die Messspitze 2 auf der Probenoberfläche 3 reibt und damit den elastischen Kontakt zur Probenoberfläche stets verändert. Im einzelnen führt die Messspitze 2 bei diesen Anregungsamplituden oszillierende Gleitbewegungen durch, die jeweils im Oszillationsumkehrpunkt kurzzeitig durch einen Reibschluss zwischen der Messspitze 2 und der Probenoberfläche 3 unterbrochen werden.

Das sich bei diesem Schwingungsverhalten, das auch als „stick-slip“-Schwingungsverhalten beschreibbar ist, einstellende Resonanzverhalten des Federbalkens 1 wird über die optische Sensoreinheit 9 erfasst und im Wege einer Resonanzkurvendarstellung genauer analysiert. Eine mit Hilfe der in Fig. 1 beschriebenen Messanordnung gewonnene Resonanzkurvenschar ist in einem in Fig. 2 dargestellten Diagramm ersichtlich, das eine als Frequenzachse ausgebildete Abszisse und einer als Amplitudenachse ausgebildeten Ordinate vorsieht. Die in der unterschiedlichen Strichführung dargestellten Resonanzkurven stellen Resonanzverhalten des Federbalkens bei unterschiedlichen Anregungsamplituden bzw. Anregungsspannungen dar. Es zeigt sich, dass bei kleineren Schwingungsamplituden des Ultraschallwandlers die Amplituden der jeweiligen Resonanzmaxima linear mit der Amplitude der Anregungsschwingung ansteigen. Bei Anregungsspannungen von etwa bis zu 3 bis 4 V bilden sich weitgehend symmetrische Resonanzkurven aus. Ab einer gewissen Anregungsamplitude bzw. -spannung bleiben die Amplituden der Resonanzkurven bzw. Torsionsresonanzen trotz zunehmenden Anregungsspannungen weitgehend konstant, vielmehr verändert sich die Form der Resonanzkurve. Die Ursache für derartige nichtlineare Änderungen in der Form der Resonanzkurve ist in dem vorstehend beschriebenen „stick-slip“-Verhalten zu suchen. Wird dennoch die Anregungsamplitude gesteigert, so zeigt sich, dass die Lage der Amplitude der Torsionsresonanz weitgehend gleich bleibt und sich im Bereich des Torsionsmaximums eine spektrale Verbreiterung in Art



einer Plateaubildung ausbildet. Eben diese, die Resonanzkurve verändernden Charakteristika werden erfindungsgemäß für die Bestimmung der Reibungseigenschaften bzw. der tribologischen Eigenschaften der Probenoberfläche herangezogen. Dies betrifft insbesondere den sich als Sättigungswert ausbildenden Plateauwert der Resonanzamplituden, die sich ausbildende Plateaubreiten sowie die Steigung der Resonanzkurvenflanken.

Messtechnisch erfolgt die Auswertung des resonanten torsionalen Schwingungsverhaltens des Federbalkens durch Aufzeichnung der Phasen- und Frequenzverteilung der Torsionsschwingungen des Federbalkens im Wege einer optischen Schwingungserfassung sowie unter Verwendung eines Lock-In-Verstärkers. Alternativ zu einem Lock-In-Verstärker bietet sich auch die Verwendung eines breitbandigen Verstärkers in Verbindung mit einer diskreten Signalverarbeitung zur Spektralanalyse, wie beispielsweise der diskreten Fourier-Transformation (DFT), der schnellen Fourier-Transformation (FFT), der Wavelet-Transformationen oder der sogenannten Walsh-Transformation. Ebenso ist eine analoge Spektralanalyse denkbar.

**Bezugszeichenliste**

|    |                                     |
|----|-------------------------------------|
| 1  | Federbalken                         |
| 2  | Messspitze                          |
| 3  | Probenoberfläche                    |
| 4  | Vorlaufschicht                      |
| 5  | Ultraschallwandler                  |
| 6  | Signalgenerator                     |
| 7  | Laserdiode                          |
| 8  | Umlenkspiegel                       |
| 9  | Fotodiodeneinheit                   |
| 10 | AFM-Rückkoppelschleife              |
| 11 | Schnelle Signalverarbeitungseinheit |
| 12 | Rechnereinheit                      |
| P  | Probe                               |
| T  | Torsionssignal                      |
| f  | Anregungsfrequenz                   |
| A  | Amplitude                           |

## Patentansprüche

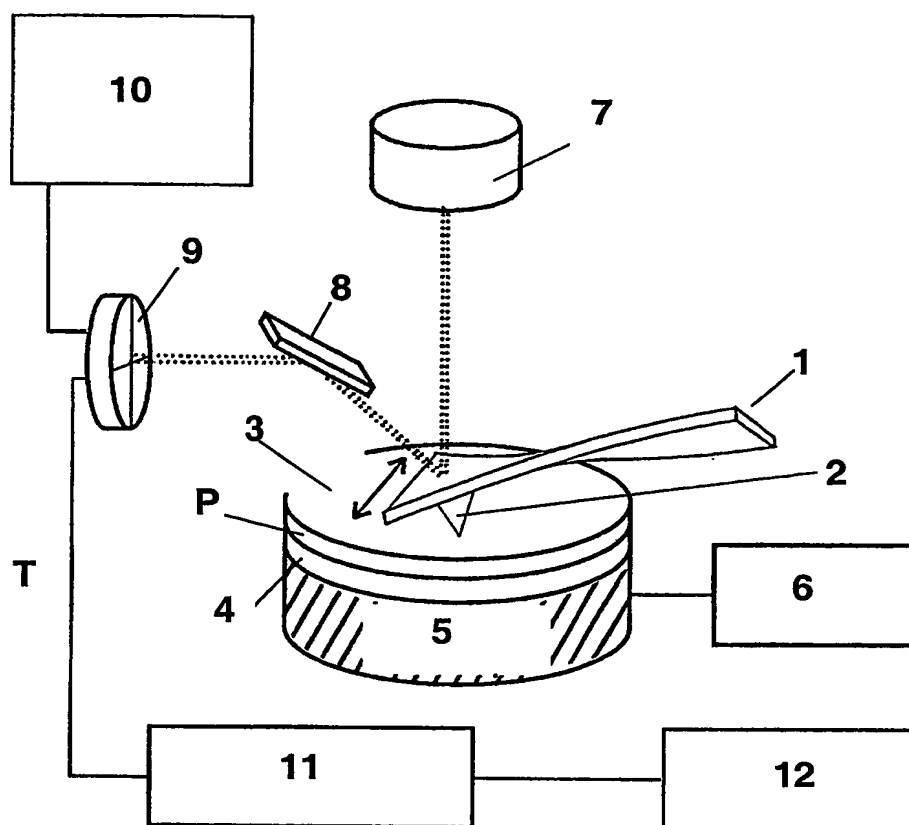
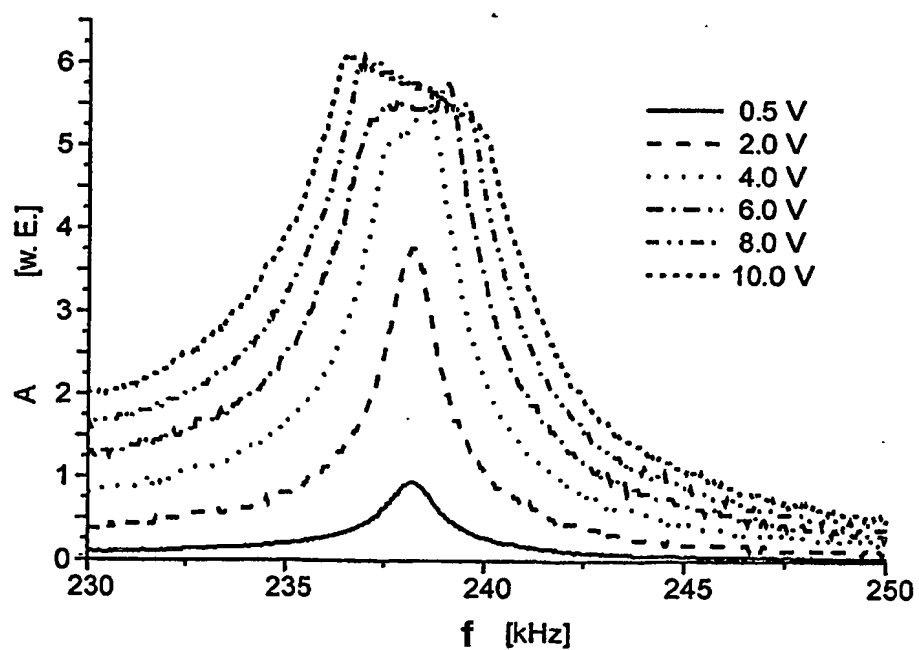
1. Verfahren zur Untersuchung einer Probenoberfläche mittels eines Rasterkraftmikroskops (RKM), das einen über eine Längserstreckung verfügenden Federbalken aufweist, längs dessen eine Messspitze angebracht ist, die über Stellmittel relativ zur Probenoberfläche gezielt angeordnet und deren räumliche Lage mit einer Sensoreinheit erfasst wird, sowie wenigstens einen Ultraschallwellengenerator vorsieht, der mit einer vorgebbaren Anregungsfrequenz eine Schwingungsanregung zwischen der Probenoberfläche und dem Federbalken, dessen Messspitze in Kontakt mit der Probenoberfläche gebracht wird, derart initiiert, dass die Messspitze in lateral zur Probenoberfläche und orthogonal zur Längserstreckung des Federbalkens orientierte Oszillationen angeregt wird und dass in dem Federbalken sich ausbildende Torsionsschwingungen erfasst und mittels einer Auswerteeinheit analysiert werden, dadurch **gekennzeichnet**,
- dass die Schwingungsanregung derart erfolgt, dass die von der Messspitze ausgeführten Oszillationen höher harmonische Schwingungsanteile zur Anregungsfrequenz aufweisen,
  - dass die Schwingungsanregung mit Anregungsamplituden durchgeführt wird, die innerhalb des Federbalkens zu Torsionsamplituden führen, deren Torsionsamplitudenmaxima trotz zunehmenden Anregungsamplituden einen weitgehend konstanten Plateauwert annehmen und deren Resonanzspektren im Bereich der Torsionsamplitudenmaxima eine spektrale resonante Verbreiterung erfahren, die durch eine Plateaubreite bestimmbar ist, und
  - dass zur Untersuchung der Probenoberfläche die Resonanzspektren, vorzugsweise der Plateauwert, die Plateaubreite und/oder die Steigung der jeweiligen Resonanzspektren verwendet werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass im Wege einer sequentiellen Rasterung an einer Vielzahl von unterschiedlichen Kontaktstellen zwischen der Messspitze und der Probenoberfläche nacheinander Resonanzspektren erfasst und analysiert werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass bei der Untersuchung der Probenoberfläche tribologische Eigenschaften, wie die Reibungskraft und/oder den Reibungskoeffizienten an der Probenoberfläche analysiert und qualitativ und/oder quantitativ bestimmt werden.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass die Messspitze auf der Probenoberfläche mit einer Auflagekraft in Kontakt tritt, die von den Stellmitteln konstant geregelt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass der Ultraschallwellengenerator ein mit der vorgebbaren Anregungsfrequenz schwingendes Dauerstrichsignal abgibt, das mittels Frequenzwobbelns innerhalb eines vorgebbaren Anregungsfrequenzbereiches  $\Delta f_a$  durchgestimmt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 5,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass der vorgebbare Anregungsfrequenzbereich  $\Delta f_a$  derart gewählt wird, dass innerhalb des Frequenzbereiches die resonante Grundschiwingung  $f_r$  des über die Messspitze auf der Probenoberfläche in Kontakt befindlichen Federbalkens enthalten ist.
7. Verfahren nach Anspruch 6,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass zur Bestimmung der resonanten Grundschiwingung  $f_r$  des mit der Messspitze auf der Probenoberfläche aufliegenden Federbalkens mit einem Frequenzsweep beaufschlagt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass der Frequenzsweep folgende Frequenzen  $f$  umfasst:  
$$f < f_r \text{ und } f < 30 \times f_r$$
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 8,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass der Anregungsfrequenzbereich  $\Delta f_a$  Frequenzen von  $f_r - \frac{1}{2}f_r$  bis  $f_r + \frac{1}{2}f_r$ , vorzugsweise  $f_r - \frac{1}{2}\Delta f_r$  bis  $f_r + \frac{1}{2}\Delta f_r$  umfasst, wobei  $\Delta f_r$  der Halbwertsbreite der Resonanzkurve bei  $f_r$  entspricht.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 9,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass die Torsionsschwingungen des mit der Messspitze auf der Probenoberfläche aufliegenden Federbalkens mittels der Sensoreinheit in einem Frequenzbereich  $n \times \Delta f_a$  erfasst werden, mit  $n < 25$ , vorzugsweise  $2 < n < 10$ .
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 8,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass an jeder Kontaktstelle zwischen der Messspitze und der Probenoberfläche aus der Resonanzkurve entnehmbare Informationen, wie die Halbwertsbreite  $\Delta f_r$  der Resonanzkurve bei  $f_r$ , die Plateaubreite, der Plateauwert, die Steigung am Plateau oder die Schwingungsamplitude der höheren Harmonischen aufgezeichnet und als Farbwerte kodiert zur Darstellung gebracht werden.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass die Schwingungsanregung der Probenoberfläche über den Ultraschallgenerator derart erfolgt, dass der Ultraschallgenerator akustisch mit der Probenoberfläche mittelbar oder unmittelbar verbunden wird.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12,  
dadurch **gekennzeichnet**, dass durch die sequentielle Rasterung der Probenoberfläche eine mikroskopische Aufnahme von der Probenoberfläche erhalten wird, auf der sowohl Informationen die Oberflächentopographie als auch tribologische Eigenschaften betreffend enthalten sind.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch **gekennzeichnet**, dass die sich innerhalb des Federbalkens ausbildenden Torsionsschwingungen mit der Sensoreinheit erfasst werden, und dass die mit der Sensoreinheit gewonnenen Sensorsignale mit Hilfe eines Breitband-Verstärkers und anschließender Spektralanalyse untersucht werden.

15. Verfahren nach Anspruch 14, dadurch **gekennzeichnet**, dass die Spektralanalyse mittels numerischer Fouriertransformation oder FFT, Wavelettransformation oder Walfh-Transformation durchgeführt wird.

**Fig. 1****Fig. 2**

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP 03/09054

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 G12B21/20 G12B21/22 G01H3/12 G01N29/06 G01N29/24

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 G12B G01H G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, INSPEC, COMPENDEX

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages   | Relevant to claim No. |
|------------|--|-----------------------|
| X          | <p>ARNOLD W ET AL: "Atomic Force Microscopy at Ultrasonic Frequencies"<br/>NONDESTRUCTIVE EVALUATION AND RELIABILITY OF MICRO- AND NANOMATERIAL SYSTEMS, SAN DIEGO, CA, USA, 18-19 MARCH 2002, vol. 4703, pages 53-64, XP002283751<br/>Proceedings of the SPIE - The International Society for Optical Engineering, 2002, SPIE-Int. Soc. Opt. Eng, USA<br/>ISSN: 0277-786X<br/>figures 2,3,9-11<br/>paragraphs<br/>'03.1!, '03.2!, '05.1!, '05.2!, '06.1!, '06.2!, '06.3!</p> <p style="text-align: center;">-/-</p> | 1-15                  |

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents:

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

11 June 2004

Date of mailing of the international search report

23/06/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Polesello, P



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP 03/09054

| C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT |  |                       |
|--|--|-----------------------|
| Category *   | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages   | Relevant to claim No. |
| X  | <p>RABE U ET AL: "Evaluation of the contact resonance frequencies in atomic force microscopy as a method for surface characterisation (invited)"<br/>ULTRASONICS, IPC SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS LTD. GUILDFORD, GB,<br/>vol. 40, no. 1-8, May 2002 (2002-05),<br/>pages 49-54, XP004357169<br/>ISSN: 0041-624X<br/>figures 3-6<br/>paragraphs '0002!', '0003!</p>   | 1-15                  |
| X  | <p>RABE U ET AL: "Probing linear and non-linear tip-sample interaction forces by atomic force acoustic microscopy"<br/>PROCEEDINGS OF THE 3RD CONFERENCE ON DEVELOPMENT AND INDUSTRIAL APPLICATION OF SCANNING PROBE METHODS (SXM-3), BASEL, SWITZERLAND, 16-19 SEPT. 1998,<br/>vol. 27, no. 5-6, pages 386-391,<br/>XP002283752<br/>Surface and Interface Analysis, May-June 1999, Wiley, UK<br/>ISSN: 0142-2421<br/>figures 1,6<br/>paragraphs 'EXPERIMENTS!', 'CONTACT!</p> | 1-15                  |
| A  | <p>YAMANAKA K ET AL: "Quantitative material characterization by ultrasonic AFM"<br/>PROCEEDINGS OF THE 3RD CONFERENCE ON DEVELOPMENT AND INDUSTRIAL APPLICATION OF SCANNING PROBE METHODS (SXM-3), BASEL, SWITZERLAND, 16-19 SEPT. 1998,<br/>vol. 27, no. 5-6, pages 600-606,<br/>XP002283753<br/>Surface and Interface Analysis, May-June 1999, Wiley, UK<br/>ISSN: 0142-2421<br/>figure 2<br/>paragraph 'EXPERIMENT!</p>   | 1-15                  |
| A  | <p>DE 199 00 114 A (KROTIL HANS ULRICH)<br/>3 August 2000 (2000-08-03)<br/>figures 1,3B,4-6,9<br/>column 6, line 46 -column 9, line 12<br/>-/-</p>   | 1-15                  |

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 03/09054

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages   | Relevant to claim No. |
|------------|--|-----------------------|
| P,X        | <p>REINSTAEDTLER M ET AL: "ON THE NANOSCALE MEASUREMENT OF FRICTION USING ATOMIC-FORCE MICROSCOPE CANTILEVER TORSIONAL RESONANCES"</p> <p>APPLIED PHYSICS LETTERS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, US, vol. 82, no. 16, 21 April 2003 (2003-04-21), pages 2604-2606, XP001166597</p> <p>ISSN: 0003-6951</p> <p>* Das ganze Dokument *</p> | 1-15                  |

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 03/09054

| Patent document<br>cited in search report |   | Publication<br>date | Patent family<br>member(s) | Publication<br>date |
|---|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| DE 19900114                               | A | 03-08-2000          | DE 19900114 A1             | 03-08-2000          |
|   |   |                     | AU 2657300 A               | 24-07-2000          |
|   |   |                     | WO 0040946 A1              | 13-07-2000          |
|   |   |                     | EP 1141673 A1              | 10-10-2001          |

---